

Order This Patent: ☐ Family Member(s) ☐

**JP9241698A** ☐ **19970916** FullText

**Title:** (ENG) PRODUCTION OF HIGH-BULK DENSITY GRANULAR DETERGENT COMPOSITION

**Abstract:** (ENG)

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain the subject composition excellent in preservability with no aggregation or solidification without the need of any special dryer and with no adverse effect due to moisture from the stocks and/or the environment, by dry neutralization of a liquid acidic precursor of an anionic surfactant under the introduction of air with a specific humidity.

**SOLUTION:** This detergent composition is obtained by neutralizing (A) a liquid acidic precursor of an anionic surfactant (e.g. a straight-chain alkylbenzenesulfonate, alkyl sulfate) under the introduction of (B) air 0.015 in humidity (kg-H<sub>2</sub>O/kg-dry air) with (C) a solid alkaline inorganic substance (e.g. sodium carbonate or potassium carbonate containing 1-10 (esp. 2-5)wt.%, on a dry basis, of moisture). It is preferable that the air to be introduced stands at 20°C.

**Application Number:** JP 8458196 A

**Application (Filing) Date:** 19960313

**Priority Data:** JP 8458196 19960313 A X;

**Inventor(s):** NAKAJIMA TAKASHI ; TANIGUCHI YOSHIYUKI ; TANAKA HITOSHI ; ANDO SUSUMU

**Assignee/Applicant/Grantee:** LION CORP

**Original IPC (1-7):** C11D01706; C11D01100

**Other Abstracts for Family Members:** CHEMABS127(17)236032D; DERABS C97-509169

**Other Abstracts for This Document:** CAN127(17)236032D; DERC97-509169

**Patents Citing This One (6):**

- US6468957B1 20021022 HENKEL KGAA DE  
Granulation method
- WO2005123893A1 20051229 HENKEL KGAA DE; ORLICH BERNHARD DE; BLASEY GERHARD DE;  
KRUSE HANS-FRIEDRICH DE; EBRAHIMZADEH KEIWAN DE  
TARGETED GRANULATION ACHIEVED BY NEUTRALISATION IN A COMPOMIX-  
TYPE MACHINE
- WO2003054131A1 20030703 HENKEL KGAA DE; ORLICH BERNHARD DE; RAEHSE WILFRIED  
DE; WEBER HENRIETTE DE  
METHOD FOR THE PRODUCTION OF SURFACTANT GRANULATES CONTAINING  
BUILDERS
- WO2000053713A1 20000914 HENKEL KGAA DE  
GRANULATION METHOD
- WO2000032738A1 20000608 HENKEL KGAA DE  
GRANULATION METHOD
- WO2000018872A1 20000406 HENKEL KGAA DE; LARSON BERND DE; MARKIEFKA JOSEF DE;  
RAEHSE WILFRIED DE; SCHULZE WIELAND DE; SUNDER MATTHIAS DE  
GRANULATION METHOD

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-241698

(43) 公開日 平成9年(1997)9月16日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 1 D 17/06			C 1 1 D 17/06	
11/00			11/00	

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平8-84581

(22) 出願日 平成8年(1996)3月13日

(71) 出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72) 発明者 中島 隆司

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 谷口 義幸

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 田中 斉

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 池浦 敏明 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ無機材料で乾式中和することを含む高嵩密度洗剤組成物の製造方法において、製造環境、大気中からの水分の混入を防ぎ、原料から持ち込まれる水分量のバラツキの影響を受けず、また、設定水分量より多くなった場合でも、粒状洗剤の水分を自由にコントロールできる、特別の乾燥装置を必要としない製造方法を提供する。

【解決手段】 中和反応工程において、反応物の表面に湿度0.015[kg-H<sub>2</sub>O/kg-乾燥空気]以下の空気を導入する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ性無機物質にて中和してその金属塩を作るに際し、中和反応工程において、湿度 $0.015[\text{kg}-\text{H}_2\text{O}/\text{kg}-\text{乾燥空気}]$ 以下の空気を導入することを特徴とする高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高嵩密度でしかも保存安定性（凝集・固化等のない）の良好な粒状洗剤組成物の製造方法に関し、更に詳しくは、アニオン界面活性剤の乾式中和により、原料水分や環境からの水分の悪影響を受けずに粉体物性の良好な高嵩密度粒状洗剤組成物を製造する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】粒状洗剤は従来噴霧乾燥によって製造されているが、この方法は界面活性剤スラリー及びビルダー等を混合してスラリーを形成させ、次いでこれを加熱・噴霧乾燥するものであるため、比較的大きなエネルギーと噴霧乾燥塔に代表される大型設備が必要であるという難点がある。そこで、噴霧乾燥法を使用しない洗剤の製造方法として、アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ性無機物質にて中和する「乾式中和法」が種々検討され、その代表的な方法として特公平6-78558号公報（ユニリーバ）、特開平3-72600号公報（プロクターアンドギャンブル）に記載の方法がある。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】たゞ、噴霧乾燥プロセスでは、各種原料を事前に均一混合し乾燥させるため、微量成分である製品水分のコントロールにおいて、技術的課題はそう多くはなかった。ところが、上記の「乾式中和法」では、製品洗剤組成物中の水分含有量のコントロールにおいて、原料から持ち込まれる余分な水分の除去だけではなく、製造環境及び大気中からの水分の混入をも防止しなければならないという問題がある。詳しく説明すると、界面活性剤を含有する粉体は、一般的に吸湿性が大で、製造環境中の水分を吸って、洗剤中の水分含量が増加し、粉体物性を悪化させる（流動性低下、凝集、固化等）。特に、湿度の高い、梅雨、雨天の時に、その傾向が著しい。即ち、アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ性物質で中和することにより高嵩密度粒状洗剤を製造する方法においては、乾燥工程を要しないように、通常、必要最小限の水分量で製造を行っているが、原料からの持ち込み水分だけでなく環境からの水分によっても粒状洗剤の粉体物性に悪影響を及ぼすという問題がある。

【0004】従って、本発明は、アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体の乾式中和法による高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法において、原料から持ち込まれる水分量

のバラツキの影響を受けず、また、設定水分量より多くなった場合でも、粒状洗剤の水分を自由にコントロールできる、特別の乾燥装置を必要としない製造方法を提供することを目的とする。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意検討した結果、アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体の乾式中和法による高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法において、中和反応工程において、湿度 $0.015[\text{kg}-\text{H}_2\text{O}/\text{kg}-\text{乾燥空気}]$ 以下の空気を導入することにより、高嵩密度粒状洗剤の水分含量をコントロールできることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0006】即ち、本発明によれば、アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ性無機物質にて中和してその金属塩を作るに際し、中和反応工程において、湿度 $0.015[\text{kg}-\text{H}_2\text{O}/\text{kg}-\text{乾燥空気}]$ 以下の空気を導入することを特徴とする高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法が提供される。

## 【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明について、具体的に詳しく説明する。本発明のアニオン界面活性剤の液体酸性前駆体と固体アルカリ性無機物質との中和反応を含む高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法は、中和反応工程において、湿度 $0.015[\text{kg}-\text{H}_2\text{O}/\text{kg}-\text{乾燥空気}]$ 以下の空気を導入することを特徴とする。本方法によると、特別な乾燥装置を使わずに、高嵩密度粒状洗剤の水分含量を自由にコントロールでき、その結果、凝集、固化等の問題がない良好な粉体物性を有する高嵩密度粒状洗剤組成物が得られる。なお、ここで言う高嵩密度粒状洗剤組成物とは、嵩密度が $0.6\text{g}/\text{cm}^3$ 以上、一般に $0.7\sim 1.2\text{g}/\text{cm}^3$ の範囲にあるものが好ましく、また水分が10%以下、好ましくは8%以下のものが好ましい。

【0008】本発明では中和反応工程において、湿度 $0.015[\text{kg}-\text{H}_2\text{O}/\text{kg}-\text{乾燥空気}]$ 以下の空気を導入する。実施の形態としては、上記空気として $20^\circ\text{C}$ 以下の空気をを用いることが好ましい。また、空気の流量は、 $0.001\sim 0.1\text{m}^3/\text{min.}$ （kg反応物）で、特に乾燥を必要とせず、環境中の水分の混入を防止する場合には、 $0.001\sim 0.01\text{m}^3/\text{min.}$ （kg反応物）で、乾燥を必要とする場合には、 $0.01\sim 0.1\text{m}^3/\text{min.}$ （kg反応物）の範囲である。 $0.1\text{m}^3/\text{min.}$ （kg反応物）を越えると、微粉の飛散等の問題が起こる場合がある。空気の導入は、中和反応を行う際に、反応物の表面に上記空気を流すだけでよい。反応物の内部に空気を吹き込む必要はない。また、反応物は、中和反応により発熱するため加熱する必要もない。

【0009】中和反応を行う装置としては、任意のタイ

ブを使用できるが、好ましくは、水平2軸型混練機（例えばシグマ型ニーダー）が使用される。中和反応の際には、中和反応熱により発熱するため、反応物を冷却し（上記装置ではジャケットに冷却水を流す）、反応物を70℃以下に保つことが好ましい。70℃を越えると、洗剤成分が熱劣化することがある。ニーダーの場合に、上記空気は、密閉ニーダーの上部の端から導入し、上部の他端から排出する。

【0010】アニオン性界面活性剤の液体酸性前駆体は、直鎖状アルキルベンゼンスルホネート及びアルキル硫酸エステル等の公知の材料単独、又はそれらの組み合わせから任意に選択できる。また、本発明の方法には、任意の固体アルカリ性無機材料を使用できるが、好ましくは炭酸ナトリウム及び／又は炭酸カリウムを使用できる。

【0011】本中和反応において、中和反応を促進するため固体アルカリ性無機材料に微量水を添加することが有効である。添加量はアルカリ性無機材料に対し、1～10%であり好ましくは2～5%である。

【0012】本発明の実施に当たっては、固体アルカリ性無機物質とアニオン界面活性剤液体酸性前駆体とを混合し、中和反応を行う。この際、湿度0.015[kg-H<sub>2</sub>O/kg-乾燥空気]以下の空気を導入し、反応物の表面に流す。反応物の温度は、装置を冷却することにより70℃以下に保つことが好ましい。反応時間は、20～60分の範囲である。中和反応終了後、微細粒径を有する粉体（ゼオライト等）を添加し、中和反応生成物を粒状化させる。洗剤の他の成分は、この工程の任意のところで配合できる。次に、粒度を調整するため、上記生成物を粉砕機で処理して、所定の粒度とする。また、上記の微細粒径を有する粉体を添加し、中和反応生成物を粒状化したものに、他の洗剤成分又は／及びその造粒物（例えば噴霧乾燥生成物）を混合、又はこれらと造粒処理して、高嵩密度粒状洗剤組成物を製造することもできる。

【0013】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明の技術的範囲がこれらにより限定されるものではない。

【0014】実施例1～3、比較例1～3

2k1シグマ型ニーダーKM-1500〔SHIENG SHUNG MACHINE TOOL CO., LTD.（台湾）製〕に炭酸ナトリウム（粉末）175kgを入れ、攪拌しながら水5.9kgを添加した。次いで、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸（純度93.5%、水分1%）248kgを約30分かけて徐々に添加して、中和反応を行った。このとき、ニーダーには、前記添加物の上面に所定の空気を所定の流量で導入した。前記空気は、ニーダーの上部の蓋の端に設けた導入口より流入し、蓋の他端に設けた排出口より排出した。（ニーダーの模式図を図1に示す）。また、ニーダーのジャケットには、冷却水を流して、内容物の温度が65℃以下になるように冷却を行った。

【0015】中和反応後、蛍光増白剤（チノパールCB S-X）0.55kg、ポリオキシエチレン（EO7モル）アルキル（炭素数12～15）エーテル4.7kg、水0.53kgを加えて混合した。さらに、ゼオライト（無水）粉末284kgを加えて混合し、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム含有物を得た。次いで、これを破砕機で破砕して粒径300～1000μmの粒子に調製し、この粒子に対して5%の重質炭酸ナトリウムと酵素、香料を混合して、高嵩密度粒状洗剤組成物を製造した。

【0016】なお、中和反応時に導入した空気については、次の表1に示されるように、湿度、流量を変えて実施した。また、各種原料の投入は、ニーダーの蓋を全開して行った。ニーダー周辺の空気の温度は40℃、湿度は80%であった。各製造条件において得られた高嵩密度粒状洗剤組成物の常温、1カ月保存後の保存安定性（凝集、固化性）を合わせて表1に示す。

【0017】

【表1】

	比較例			実施例		
	1	2	3	1	2	3
導入空気	—	40℃ 100%RH	30℃ 100%RH	20℃ 100%RH	16℃ 100%RH	同左
導入空気の湿度 (kg-H <sub>2</sub> O/kg-乾燥空気)	—	0.039	0.027	0.015	0.011	0.011
空気導入量 (Nm <sup>3</sup> /min・kg)	—	0.07	0.07	0.007	0.07	0.14
洗剤の水分 (%)	12	12	10	6.7	5.4	5.1
嵩密度 (g/L)	650	650	660	670	670	670
保存安定性 (常温-1ヶ月)	△	△	△	○	○	○

注) RH: 相対湿度

【0018】洗剤中の理論水分含量は、原料からの持ち込み水分と中和反応で生成する水分を合計したもので、6.4%である。空気を導入しない方法(比較例1)で製造した場合、洗剤の水分が12%と理論水分含量より増大するが、これは、主に、洗剤原料が大気中(40℃、湿度80%)の水分を吸収したためと思われる。

【0019】表1から明らかなように、湿度0.015[kg-H<sub>2</sub>O/kg-乾燥空気]を超える湿度の空気の導入では、水分を低下させる効果がなく、洗剤の水分含量が高いと、製品保存安定性が劣化する(比較例2, 3)のに対し、実施例1~3では、湿度0.015[kg-H<sub>2</sub>O/kg-乾燥空気]以下の空気の導入により、外気からの吸湿を防止すると共に、洗剤の水分の低減(乾燥)に寄与できる。また、実施例1~3は、湿度0.015[kg-H<sub>2</sub>O/kg-乾燥空気]の空気の導入により洗剤の水分含量をコントロールできることを示す。

#### 【0020】実施例4

2k1シグマ型ニーダーKM-1500[SHIENG SHUNG MACHINE TOOL CO., LTD. (台湾)製]に炭酸ナトリウム(粉末)175kgを入れ、攪拌しながら水5.9kgを添加した。次いで、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸(純度93.5%、水分1%)198kg及びC12アルコール硫酸エステル50kgを約30分かけて徐々に添加して、中和反応を行った。このとき、ニーダーには、前記添加物の上面に湿度0.011[kg-H<sub>2</sub>O/kg-乾燥空気]の空気を0.023Nm<sup>3</sup>/min・kg-反応物

(=10Nm<sup>3</sup>/min.)の流量で導入した。前記空気は、ニーダーの上部の蓋の端に設けた導入口より流入し、蓋の他端に設けた排出口より排出した。また、ニーダーのジャケットには、冷却水を流して、内容物の温度が65℃以下になるように冷却を行った。

【0021】中和反応後、蛍光増白剤(チノパールCBS-X)0.55kg、ポリオキシエチレン(E07モル)アルキル(炭素数12~15)エーテル4.7kg、水0.53kgを加えて混合した。さらに、ゼオライト(無水)粉末284kgを加えて混合し、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウムを含有する粒状物を得た。次いで、これを破砕機で破砕して粒径300~1000μmの粒子に調製し、この粒子に対して5%の重質炭酸ナトリウムと酵素、香料を混合して、高嵩密度粒状洗剤組成物を製造した。なお、各種原料の投入は、ニーダーの蓋を全開して行った。ニーダー周辺の空気の温度は40℃、湿度は80%であった。

【0022】このようにして得られた高嵩密度粒状洗剤組成物の物性、性状、常温、1カ月保存後の保存安定性(凝集、固化性)を下記表2に示す。

【表2】

洗剤の水分 (%)	7.9
嵩密度 (g/L)	760
保存安定性 (常温1カ月)	○

なお、保存安定性の評価基準は以下による。

○・・・4メッシュ篩い上重量 $\leq$ 40% (凝集、固化なし)

△・・・40% $<$ 4メッシュ篩い上重量 $\leq$ 80% (凝集、固化なし)

×・・・80% $<$ メッシュ篩い上重量 $\leq$ 80% (凝集、\*

\*固化なし)

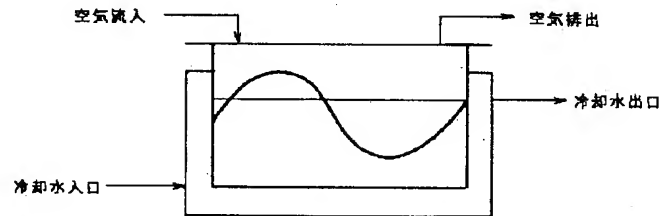
【0023】

【発明の効果】本発明によれば、アニオン界面活性剤の酸性前駆体の乾式中和プロセスにおいて、中和反応工程で湿度0.015 [kg-H<sub>2</sub>O/kg-乾燥空気]以下の空気を導入するものとしたことから、特別な乾燥装置を使わずに、高嵩密度粒状洗剤の水分含量を自由にコントロールでき、その結果、凝集、固化等の問題がない良好な粉体物性を有する高嵩密度粒状洗剤組成物を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例で使用したニーダーの模式図である。

【図1】



装置の模式図

フロントページの続き

(72)発明者 安藤 進  
東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内